

METHOD FOR MAKING INORGANIC VITEROUS FILMS

Patent number: SU1035016
Publication date: 1983-08-15
Inventor: SIROTKIN OLEG S; KHITROV MIKHAIL YU;
KUZNETSOV EVGENIJ V
Applicant: KZ KHIM TEKH INST KIROVA (SU)
Classification:
- International: (IPC1-7): C04B41/06
- european:
Application number: SU19813320145 19810410
Priority number(s): SU19813320145 19810410

[Report a data error here](#)

Abstract not available for SU1035016

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

09 SU 1035016 A

3650 С 04 В 41/06

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ



ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 3320145/29-33
(22) 10.04.81
(46) 15.06.83, Бюл. № 30
(72) О.С. Сироткин, М.Ю. Хитров
и Е.В. Кузнецов
(71) Казанский химико-технологический
институт им. С.М. Кирова,
(53) 666.295 (088.8)
(56) 1. Заявка Великобритании
№ 1384014, кл. С 04 в 35/00, 1975.
2. Заявка Великобритании
№ 1436208, кл. С 03 в 18/02, 1976
(прототип).
(54) (57) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ НЕОГРАНИ-
ЧЕСКИХ СТЕКЛООБРАЗНЫХ ПЛЕНОК из газо-

вой фазы оксида фосфора в присутствии паров воды с последующим отделением пленок, отличаящихся тем, что, с целью получения пленок, имеющих различные коэффициенты термического расширения ограничивающих поверхностей, процесс ведут на поверхности твердой подложки, полученной предсожжением смеси оксидов, при атмосферном давлении и температуре не менее 300°C и не более температуры спекания или плавления компонентов подложки, а отделение пленки осуществляют охлаждением со скоростью не менее 200°C/мин.

09 SU 1035016 A

Изобретение относится к синтезу неорганических высокомолекулярных соединений и может найти применение для получения системно-анизотропных стеклообразных пленок с различными физико-химическими характеристиками.

Известен способ получения пленки тугоплацкого материала, согласно которому пленка тугоплацкого соединения (несодеряющего кислорода и почти несодержащего дефектов кристаллической структуры) образуется при осаждении этого соединения (карбиды титана, кремния, циркония, гафния, ванадия, хрома или бора, борида и нитрида этих металлов и алмазина или элементарные бор или кремний) на поверхность пленки приоритетного графита. Пленка графита осаждается на искривленную жидкую подложку (медь, золото, платина). Пленки тугоплацкого соединения затем отделяют от пленки графита [1].

Этот способ позволяет получить осажденное из паровой фазы тугоплацкое соединение в виде пленки, но предусматривает полную ее изотропность, т.е. пленка имеет постоянный состав в любой ее точке.

Наиболее близким к предлагаемому является способ получения стеклообразных пленок путем перевода вещества, образующего пленку, или компонентов этого вещества в парообразное состояние под вакуумом, конденсации паров в твердое состояние на поверхности жидкости и отделение сконденсированной пленки от жидкости. Пленка может быть образована осаждением одного вещества и одновременным осаждением различных компонентов или последовательным осаждением компонентов [2].

Недостатками этого способа являются трудности получения пленок с непрерывным изменением состава по толщине, поскольку при взаимодействии различных компонентов в газовой фазе практически невозможно регулировать осаждение требуемых продуктов по всем длине реакционной зоны, вследствие низкой температуры жидкой подложки диффузии взаимодействия компонентов в твердой фазе не происходит, в результате слоистые пленки, полученные по прототипу, имеют четко выраженные границы раздела, что при значительных циклических изменениях температуры приводят к их расслаиванию. Кроме того, использование вакуумной техники, т.е. малых концентраций газовых фаз, не обеспечивает высокой скорости роста пленок.

Целью изобретения является получение пленок, имеющих различные коэффициенты термического расширения от различающихся поверхностей.

Поставленная цель достигается тем, что согласно способу получения неорганических стеклообразных пленок из газовой фазы оксида фосфора в присутствии паров воды с последующим отделением пленок, процесс ведут на поверхности твердой подложки, полученной прессованием смеси оксидов, при атмосферном давлении и температуре не менее 300°С и не более температуры спекания или плавления компонентов подложки, а отделение пленки осуществляют охлаждением со скоростью не менее 200°С/мин.

При мер 1. В качестве твердой подложки используют таблетку размером 30·10·1 мм, отпрессованную при 650 МПа из порошка оксида кальция. Таблетку обрабатывают в течение 1 ч при 800°С газообразным оксидом фосфора в присутствии паров воды, после чего, не производя охлаждения, таблетку извлекают из высокотемпературной зоны ($T_{\text{ра}} = 2580^{\circ}\text{C}$). При оставлении таблетки со скоростью 300°С/мин. происходит отслоение образовавшейся на поверхности стеклообразной пленки полифосфата кальция. Поступивший анализ пленки на время-пролетном лазерном масс-спектрометре показывает следующее распределение элементов по толщине пленки: соотношение Р/Са меняется от величины, близкой к 1 на одной поверхности пленки, практически до 0 на другой. Вследствие различного химического состава поверхностных слоев они имеют различные коэффициенты термического расширения. Температура текучести этой пленки 560°С.

При мер 2. В качестве твердой подложки используют таблетку размером 30·10·1 мм, отпрессованную из порошка оксида магния ($T_{\text{ра}} = \text{MgO } 2800^{\circ}\text{C}$). Таблетку обрабатывают в течение двух часов при 300°С.

Охлаждение осуществляют со скоростью 200°С/мин.

Пленка в процессе охлаждения отделяется от подложки без повреждений и имеет различные коэффициенты термического расширения ограничивающих ее поверхности. ¹

При мер 3. В качестве материала твердой подложки используют порошок из оксида кальция.

Процесс получения пленки ведут в системе парогазовая фаза $P_2O_5 \cdot 10 \cdot H_2O$ при 1000°С в течение 40 мин.

В результате взаимодействия масса пленки, синтезированная на 1 см² подложки, составляет 10 мг.

а) охлаждение образца осуществляют со скоростью 200°С/мин пропускной воздуха через реакционную зону (однородная прозрачная стеклообразная

пленка отделяется от подложки без повреждений;

б) охлаждение образца осуществляют перемещением его в специальном зажиме непосредственно из реакционной зоны (1000°C) на воздух (25°C) (скорость остыивания около 800°C/мин, пленка отделяется без повреждения).

Пленки, получаемые различными способами, имеют различные коэффициенты термического расширения, ограничивающие их поверхностей.

При мер 4. В качестве материала для подложки можно использовать смеси любых совместимых тугоплавких оксидов. Так для получения трехкомпонентных пленок при однокомпонентной газовой фазе (P_2O_{10} в присутствии паров воды, но вода играет роль катализатора) подложку изготавливают прессованием смеси двух оксидов SiO_2 и MoO_3 в соотношении 1:2 $T_{\text{пл}} 510^{\circ}\text{C}$, 1600°C .

Подложку, содержащую оксиды магния и кремния, обрабатывают P_4O_{10} - H_2O при 1100°C в течение 1 ч. Охлаждение ведут со скоростью $500^{\circ}\text{C}/\text{мин}$.

Получаемая пленка отделяется без повреждения и имеет различные коэффициенты термического расширения, ограничивающих ее поверхностей.

Различные коэффициенты термического расширения позерхности пленки изменяются по величине из-за последней при нагревании. Для этого один конец пленки стандартной линии закрепляют, производят нагрев и фиксируют перемещение свободного конца. Чем оно больше, тем больше различие КТР поверхностей.

Пленки, получаемые предлагаемым способом, способны к обратному изгибу под действием нагревания-охлаждения, что позволяет использовать их в качестве объектов, способных совершить механическую работу под действием температуры. Эта их способность может быть использована, например, в термоусиленных датчиках.

Другой областью применения стеклообразных пленок, имеющих различные коэффициенты термического расширения позерхности, является их использование в качестве стеклопропилей для соединения разнородных материалов, также имеющих различные КТР, например, керамики и металла, при этом обеспечивается стойкость соединения к термоциклизированнию.

Стеклообразные пленки, имеющие переменный по толщине состав, обладают также переменной оптической плотностью, что дает возможность применять их при фотометрических измерениях.

Составитель Р.Малькова

Редактор А.Гулько Техред М.Надь Корректор С.Шекмар

Заказ 5749/20 Тираж 622 Подписанное
ВНИИПН Государственного комитета СССР
по делам изобретений и открытий
113035, Москва, ж-35, Раушская наб., д.4/5

Филиал ППИ "Патент", г.Ужгород, ул.Проектная, 4